



BRIN

Nilai Tambah Rempah Dengan Teknologi Mutakhir: Minyak Atsiri

Egi Agustian

Dipaparkan pada Webinar: Spice up the world with added value, Kamis, 18 November 2021



BRIN

Pusat Riset Kimia – BRIN

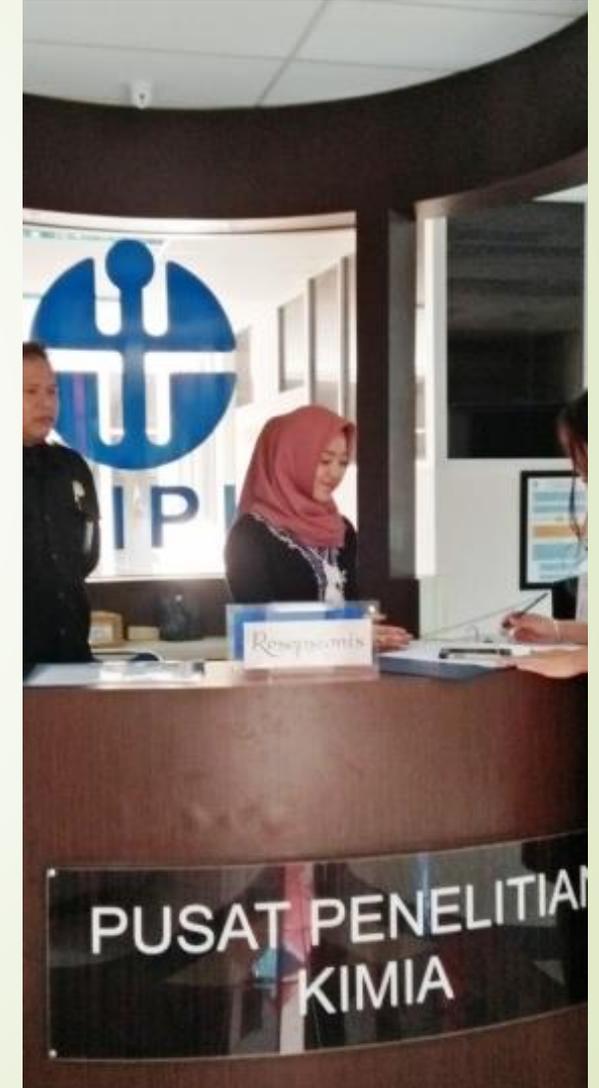
Serpong Office & Laboratory:

Puslit Kimia LIPI, Kawasan Puspiptek, Serpong,
Tangerang Selatan, Indonesia, Postal
Code 15314,

Telp. +62-21-7560929, Fax. +62-21-7560549

Website: <http://kimia.lipi.go.id> |

Email: rcchem@mail.lipi.go.id



Sekilas Tentang Minyak Atsiri

- Tanaman Aromatik → tanaman yang menghasilkan bau dan beraroma
- Tanaman atsiri merupakan tanaman aromatic
- Tanaman yang menghasilkan aroma yang berasal dari minyak atsiri hasil penyulingan bagian tanaman seperti daun, akar/rhizome, batang/kulit batang, bunga, buah/kulit buah, biji.
- Minyak atsiri/minyak terbang/volatile oil/minyak eteris/essential oil
- Sifat – sifat minyak atsiri
 - Berbau wangi sesuai aroma tanaman penghasilnya
 - Mudah menguap pada suhu kamar tanpa mengalami dekomposisi
 - Mempunyai rasa getir (pungent taste)
 - Umumnya larut dalam pelarut organik (alkohol, eter, petroleum, benzena dll.)
 - Tidak larut dalam air



Peta Kegiatan Atsiri di Pusat Riset kimia



TEKNOLOGI PENGOLAHAN MINYAK ATSIRI

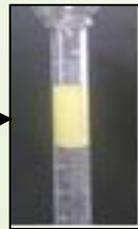


Penyulingan Minyak Atsiri

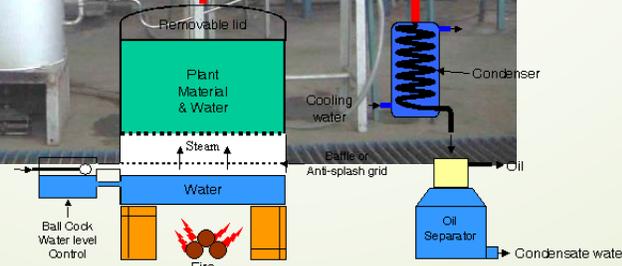
- Penyulingan adalah suatu proses pemisahan secara fisik suatu campuran dua atau lebih produk yang mempunyai titik didih yang berbeda, dengan cara mendidihkan terlebih dahulu komponen yang mempunyai titik didih rendah terpisah dari campuran.
- Metode penyulingan minyak atsiri :
 1. Penyulingan dengan air (water distillation)
 2. Penyulingan dengan uap dan air (steam and water distillation)
 3. Penyulingan dengan uap langsung (steam distillation)



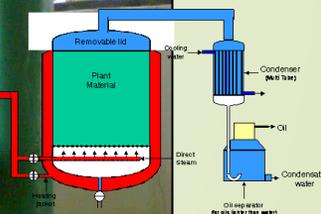
1



2



3



Pelaksanaan Penyulingan

-- Minyak Nilam

Panen Daun Nilam



Penyortiran, perajangan, pengeringan

Penimbangan dan pemasukan daun nilam kering ke ketel penyulingan



Penyulingan

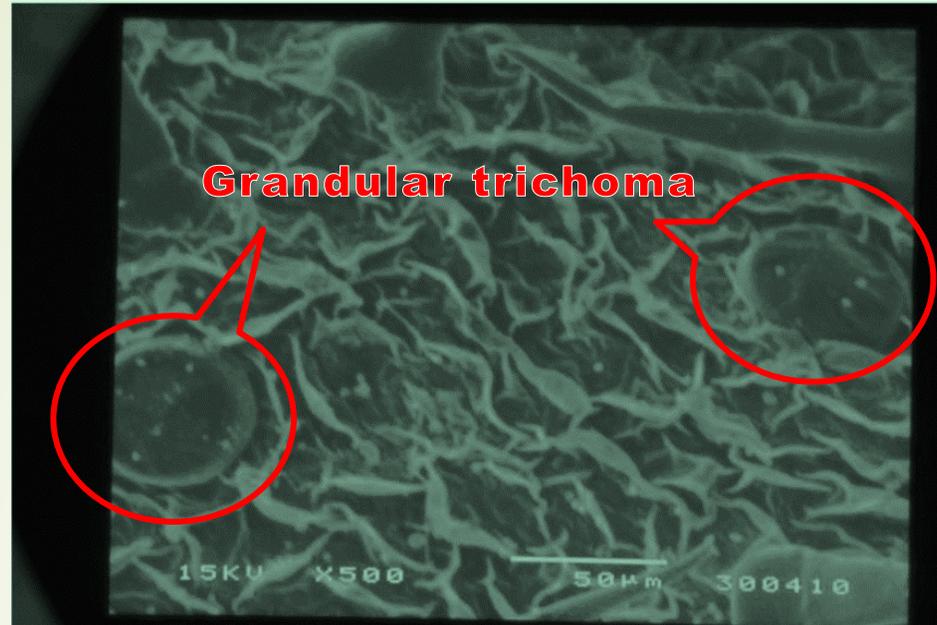


Minyak Nilam

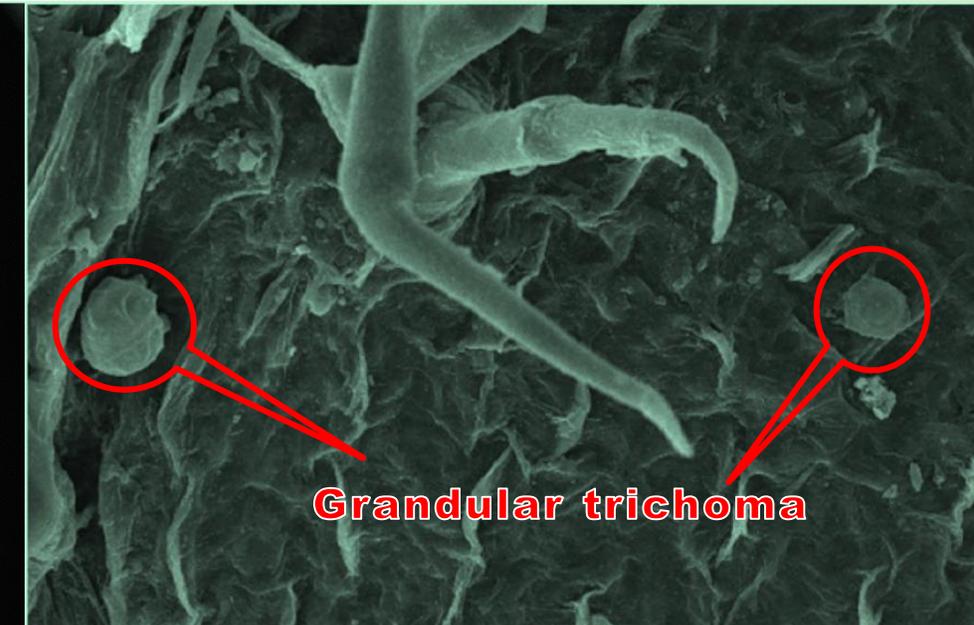


FAKTOR YANG BERPENGARUH :

- Metode penyulingan
- Ratio batang dan daun
- Lama waktu destilasi
- Pengeringan dan pelayuan (Kadar air)
- Bahan bakar



Sebelum penyulingan



Setelah penyulingan

- Minyak nilam tersimpan dalam bagian daun bernama granular trichoma yang bisa diamati dengan mikroskop electron (SEM)
- Penyusutan ukuran Granular trichoma setelah penyulingan hingga 61.2%.
- Tantangan teknologi penyulingan adalah merancang metode paling efisien (dalam penggunaan energy) untuk memaksa minyak nilam keluar dari granular trichoma lalu keluar dari perangkat serat selulosa daun. → hingga saat ini cara paling murah adalah distilasi uap

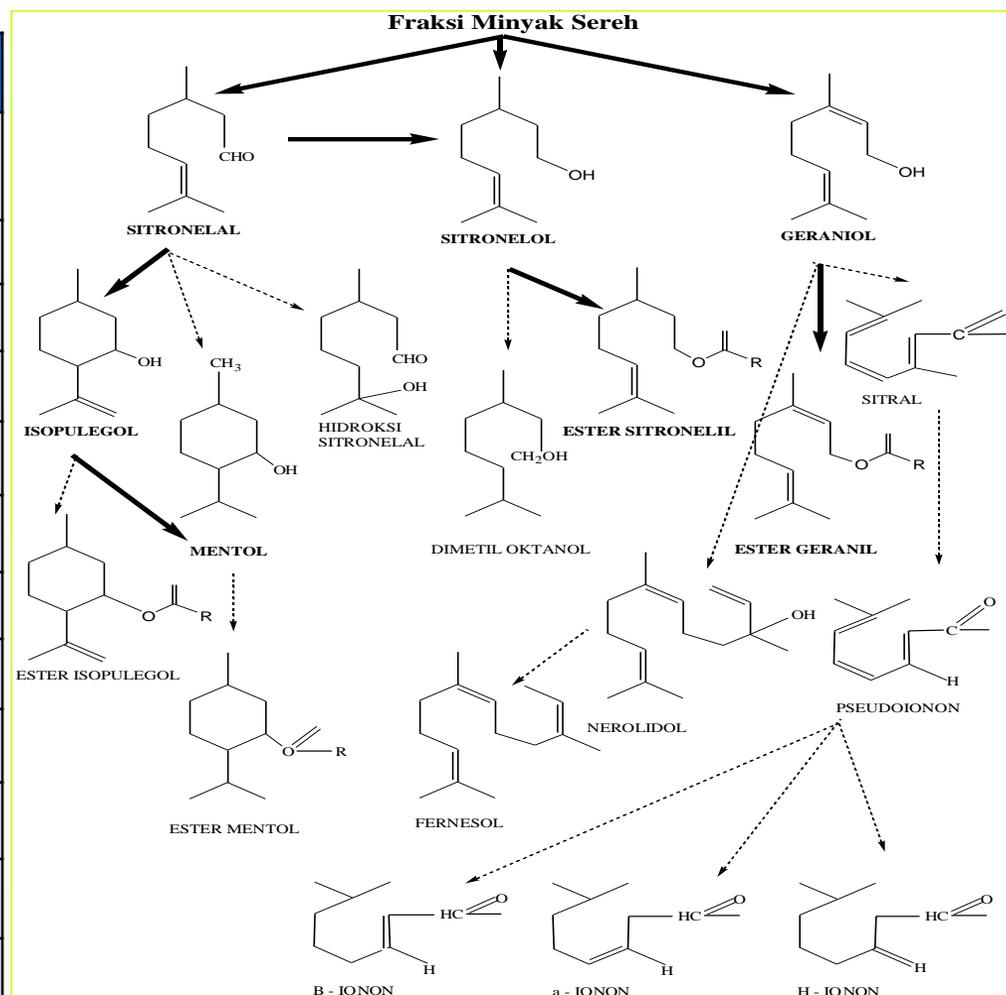
Teknologi pengolahan lanjut minyak atsiri

PERUMUSAN MASALAH BIDANG ATSIRI

- Minyak atsiri penting dalam industri pangan, farmasi dan kosmetik.
- Banyak Jenis komponen atsiri masih impor.
- Proses ekstraksi dan pemurnian yang bagaimana agar produk memenuhi syarat
- Perdagangan dalam negeri dan ekspor → minyak atsiri konvensional.
- Perlu dilakukan pemisahan komponen / pemurnian/sintesa komponen minyak atsiri → produk kimia adi atau bahan pewangi bernilai tambah lebih tinggi→ substitusi impor.
- Perekayasaan sistem dan proses
- Perlunya kajian peningkatan skala proses dan basic science.

Harga Minyak Sereh Wangi dan Turunannya

Nama Bahan	Harga (Rp/Kg)
Minyak Sereh Rakyat (Sitronellal 32%*)	170.000
Sitronellal (82%)	2.325.000
Sitronelol (95%)	1.926.600
Geraniol (98%)	2.167.500
Hidroksi citronellal (98%)	2.455.500
Menthol (99%)	2.364.000
Nerolidol (95 %)	2.304.000
Citral (99%)	2.157.000
Geranyl acetate (98%)	1.199.000
Citronelyl acetate (98%)	2.352.000
α-ionon (90%)	3.667.500
β-ionon (98%)	2.722.500



Sumber : www.thegoodscentcompany.com, 2016

*) Harga di penyulingan Gunung halu – Jawa Barat, 2015



Hasil LitBang Pusat Riset Kimia

Fraksinasi Vakum Minyak Sereh Wangi

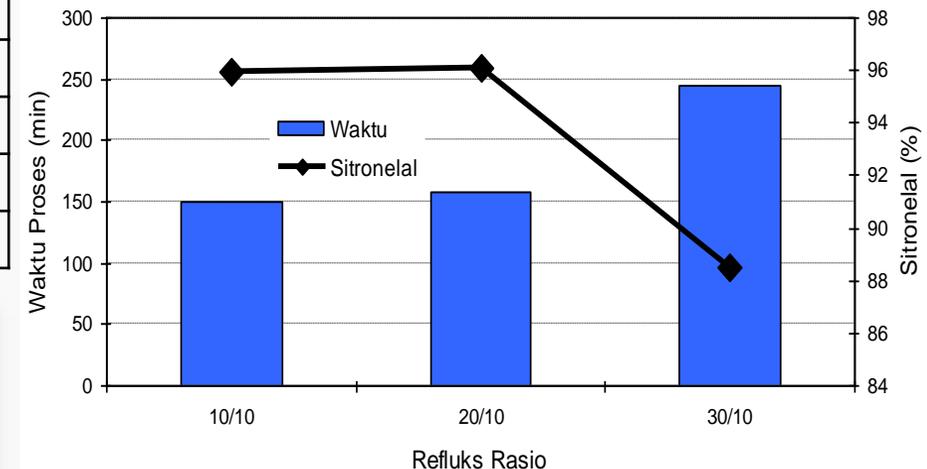
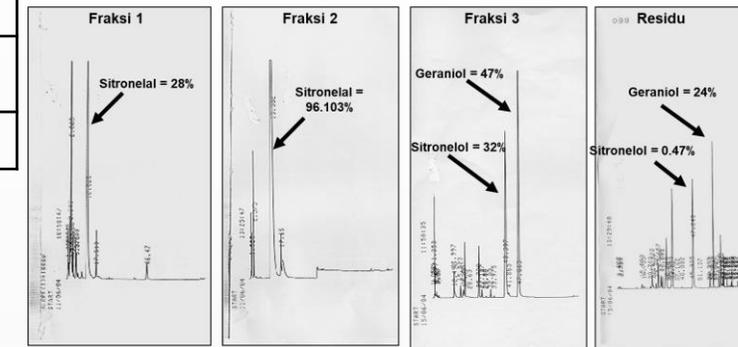
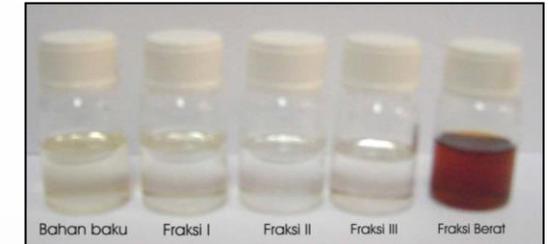


Fraksi	T _{puncak} (°C)	T _{labu} (°C)	Rendemen (%)	Waktu (min)
DF 2.1	35,20 – 112,50	95,80 – 126,20	3,67	45
DF 2.2	112,50 – 122,50	126,20 – 151,00	41,33	158
DF 2.3	122,50 – 144,90	151,00 – 173,70	32,23	500
RS 2			22,00	
Total				703
Loss			0,67	

P=60 mmHg; R= 20:10

Fraksi	Komposisi Produk (GC)			
	Limonen (%)	Sitronelal (%)	Sitronelol (%)	Geraniol (%)
DF 2.1	64,30	28,22	0	0,96
DF 2.2	28,22	96,10	0,31	0
DF 2.3	0	0	32,86	0,47
RS 2	0,96	0	47,88	24,21

E Agustian, A Sulaswaty, JAL Tasrif, IB Adilina ,
Journal of Agroindustrial Technology 17 (2), 2007

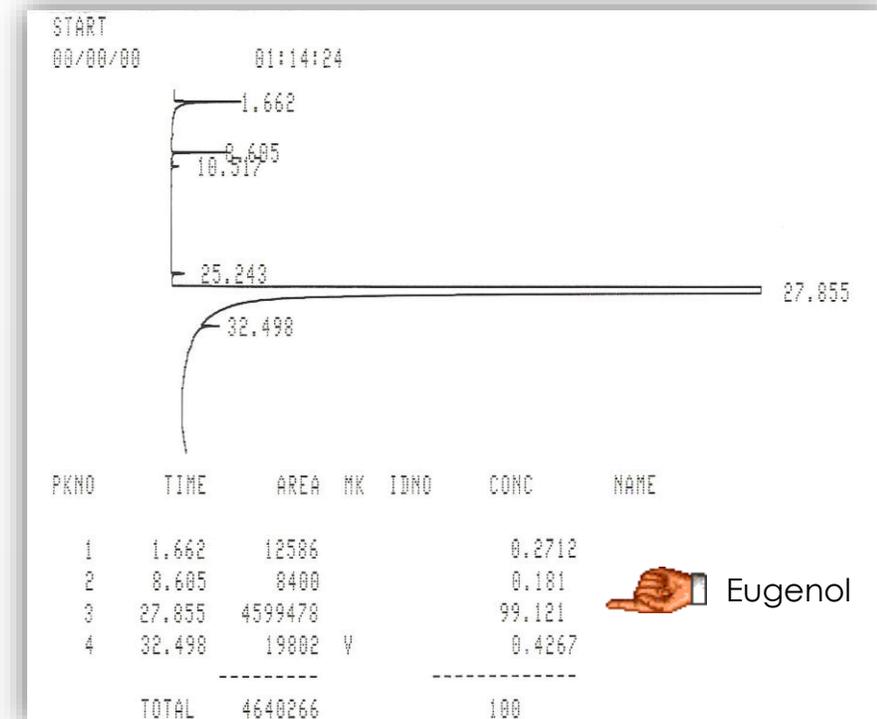


Fraksinasi Vakum Eugenol Hitam (EH)

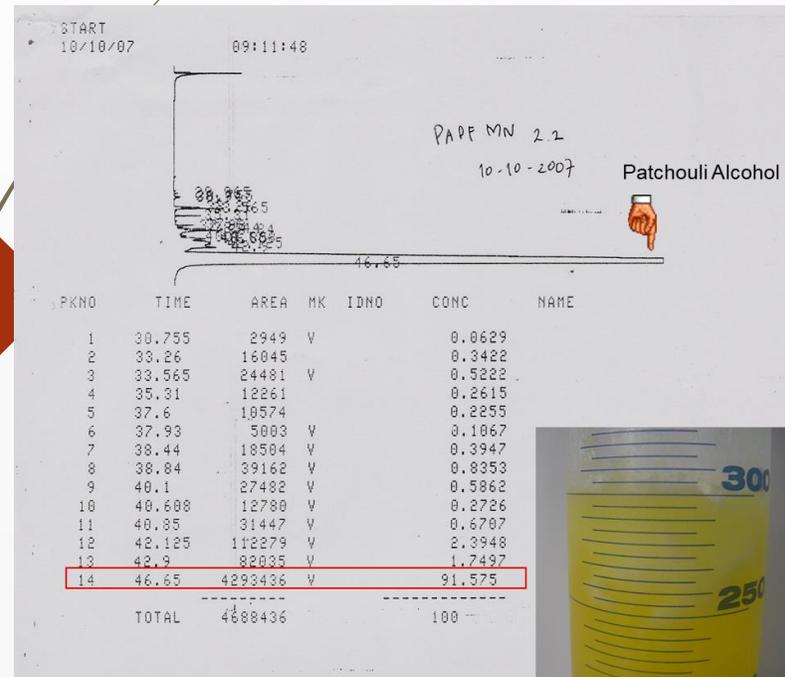
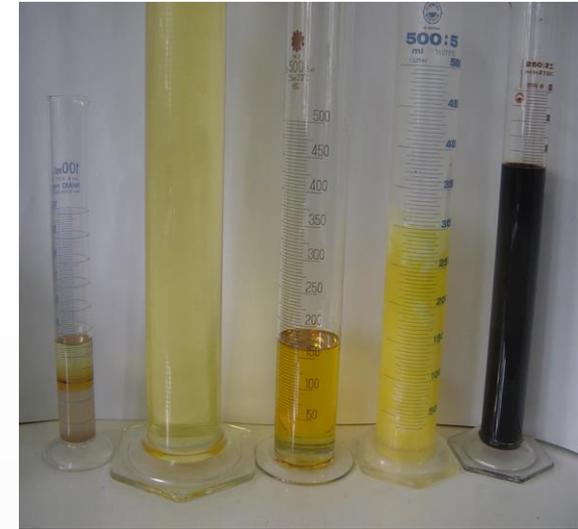
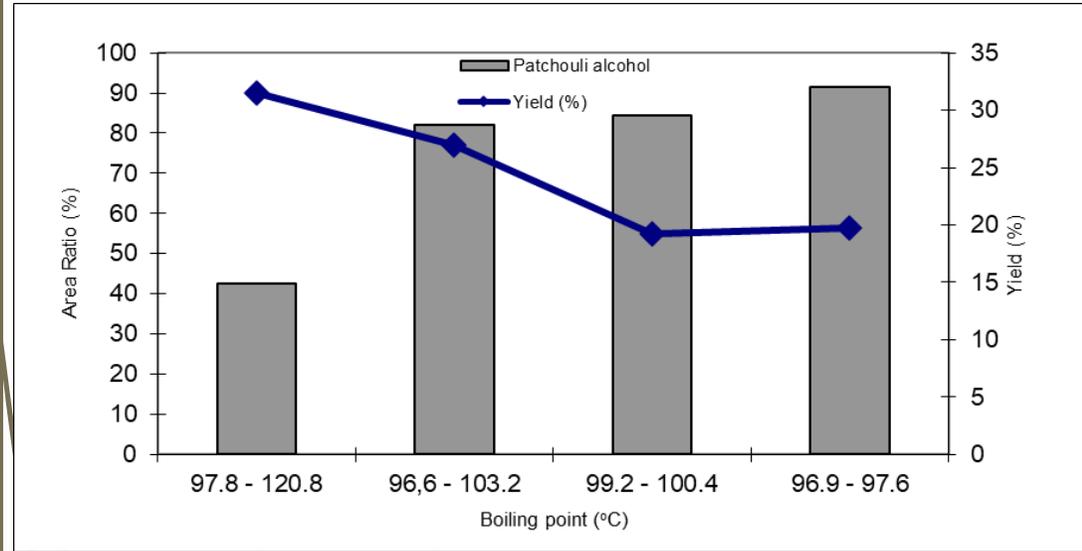
Fraksi	T _{puncak} (°C)	T _{labu} (°C)	Rendemen (v/v)	Waktu (min)	Warna (Visual)
E.1.1	86.9 – 127.8	139.1 – 142.9	6.56	44	Bening
E.1.2	127.8 – 130.1	142.9 – 147.9	74.4	501	Bening
R.E.1			17.2		Coklat kehitam-hitaman
Loss			1.82		

Keterangan : E.1.2 = eugenol, fraksi 2 run 1 R.E.1= Residu eugenol run 1

Fraksi	Retensi Time	Luas Area	Komposisi (%)
BB 1	27.912	4059095	98.2333
E.1.1	27.22	4589783	93.3631
E.1.2	27.855	4599478	99.1210
R.E.1	27.58	3304446	88.1024



Fraksinasi Vakum Patchouli alcohol (PA)



Metilasi eugenol minyak cengkeh menjadi metil eugenol

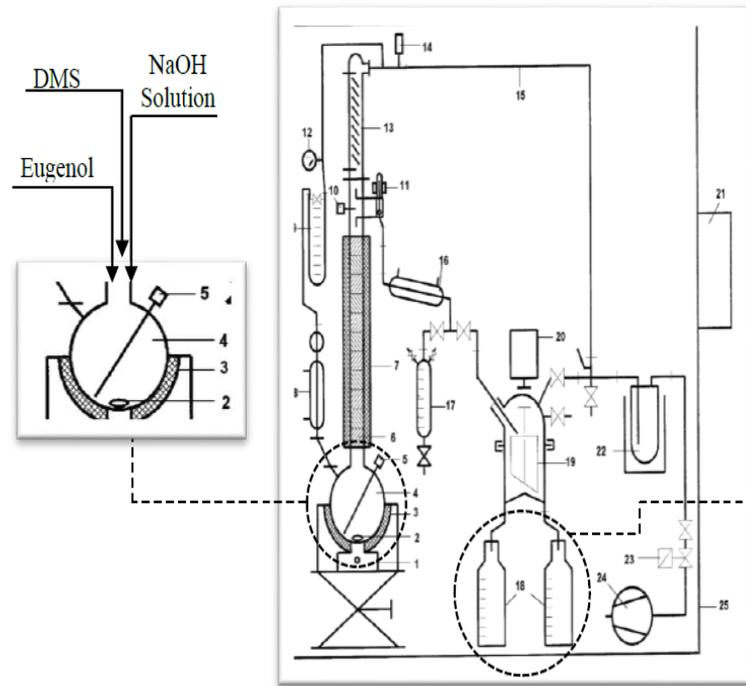
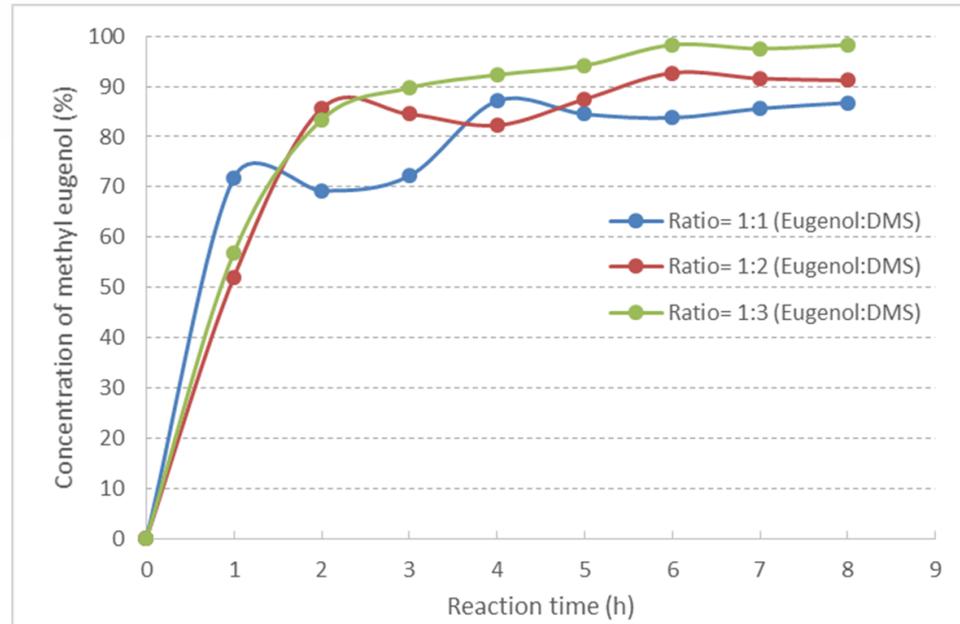
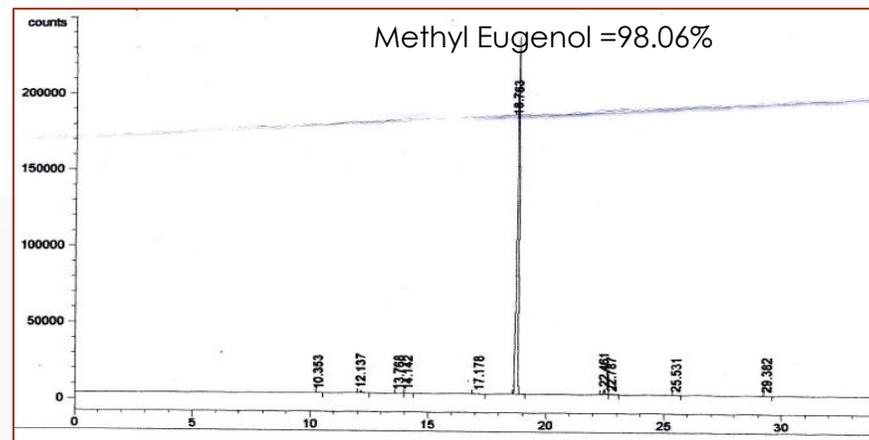


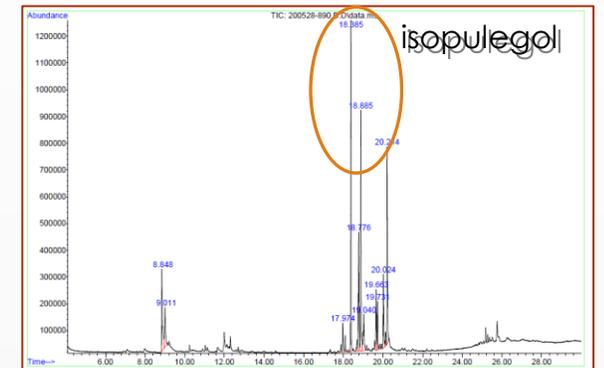
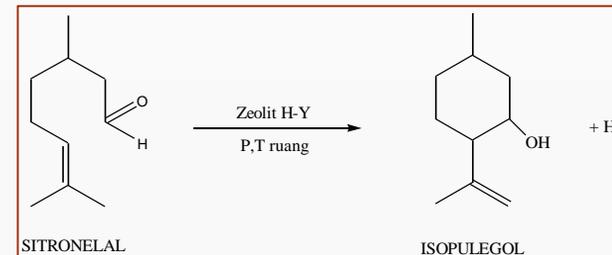
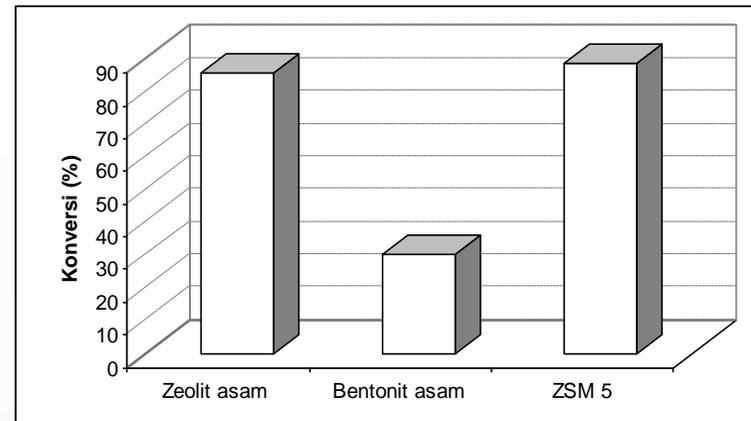
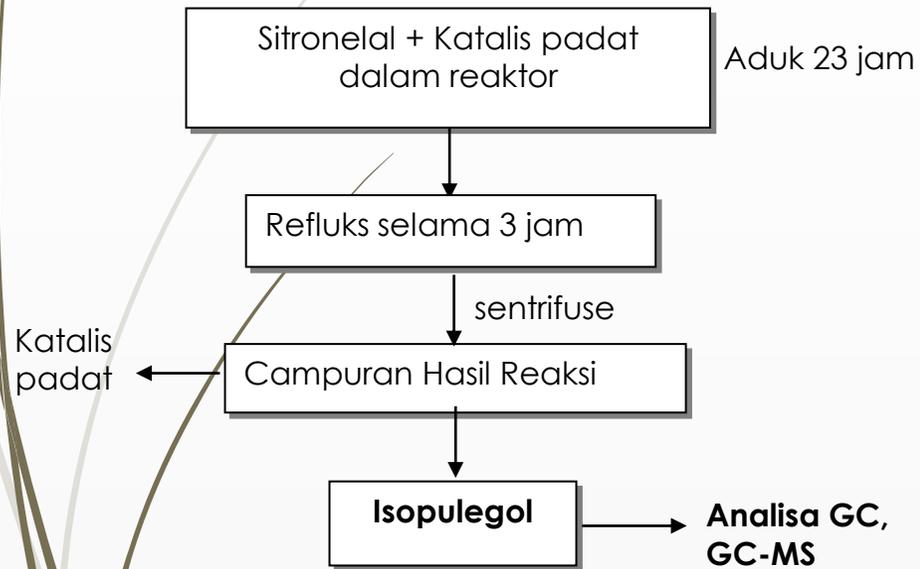
Figure 1. Scheme of pot fractionation vacuum



Methyl Eugenol



Siklisasi sitronelal dari minyak sereh wangi menjadi isopulegol



1) E Agustian, IB Adilina, (2014), Green synthesis of isopulegol from citronellal catalysed by zeolite based solid acid catalysts, *Chimica et Natura Acta*, 1-7

Produksi handsanitizer dengan isopulegol sebagai antibakteri



1. Pencampuran karbomer, air dan propilen glikol, 300 rpm, 70°C, 12 jam

Parameter	Nilai
pH	8.25 – 8.76
Densitas (g/ml)	0.8612 - 0.8943
Viskositas (cP)	1.1067 - 3300
Indeks Bias	1.34111 - 1.35528
Homogenitas	Homogen
Konsistensi	Cairan encer, cairan kental sampai Semi padat
Daya sebar (cm)	5.5 – 8.4
Warna	Putih, transparan
Bau	Khas etanol
Bentuk produk	Cairan, kental dan Gel
Uji antibakteri	Melindungi dari kuman selama 2 jam



2. Pembuatan Gel



3. Packaging botol

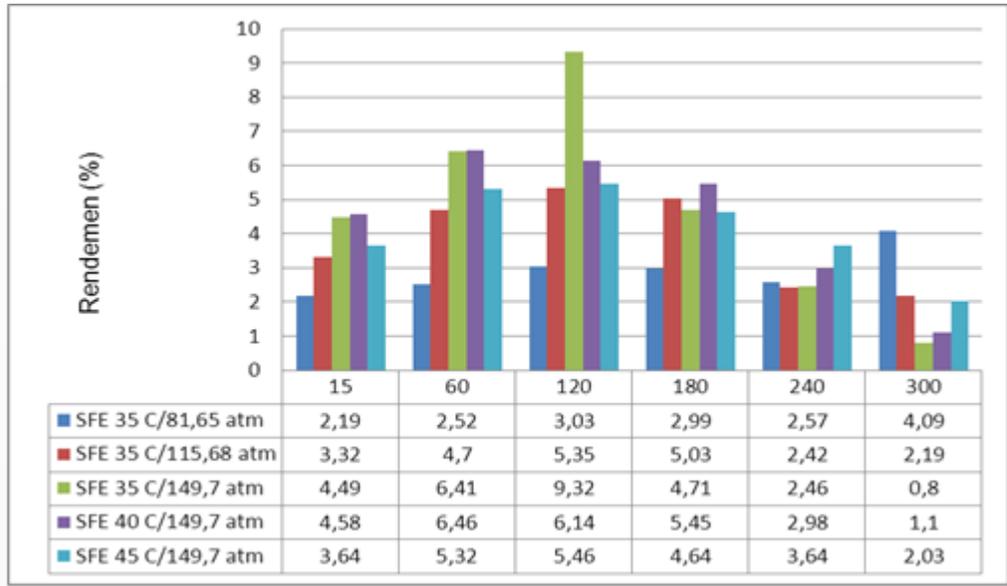
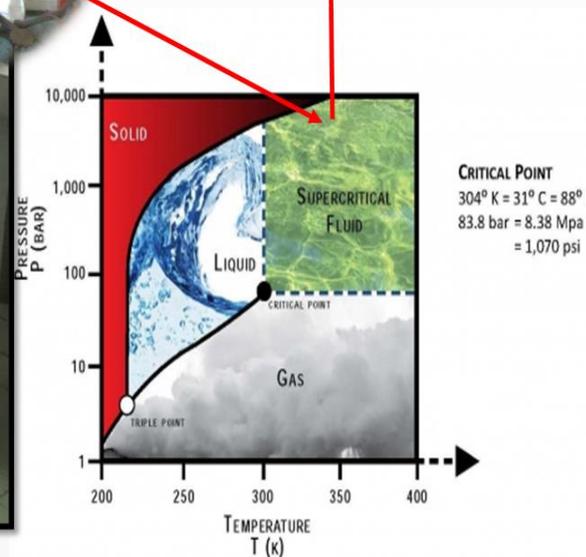
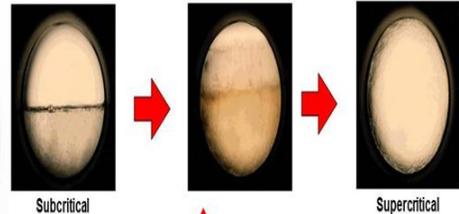


Tangan tetap bersih dari kuman dan bakteri selama 2 jam

Yenny Meliana et al, (2021) International Journal of Pharmaceutical Research, Antiseptic study of alcohol based hand sanitizer with nanosilver and isopulegol additive and its inhibition od SARS-CoV-2 Binding to the ACE2 Receptor”, Volume 13, Issue 3, hal 1211-1221.

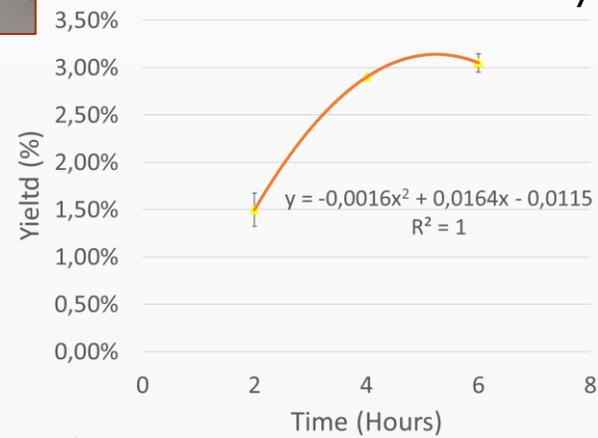
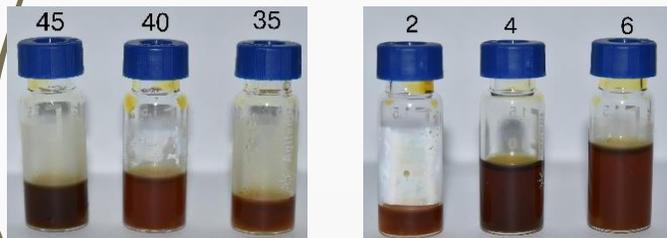
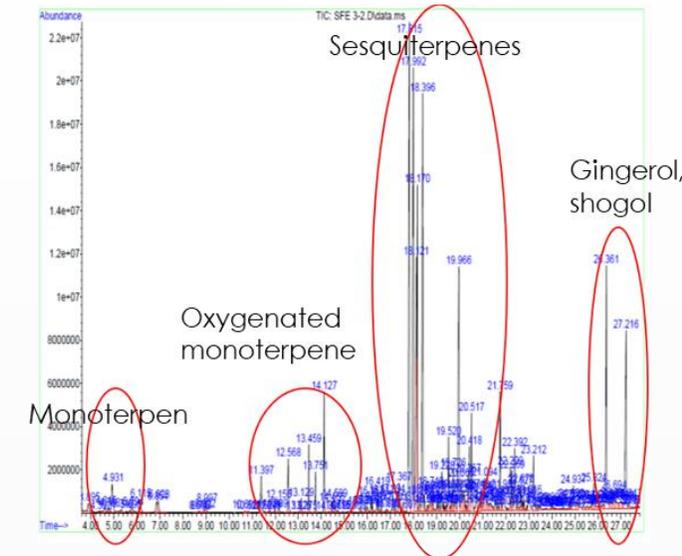
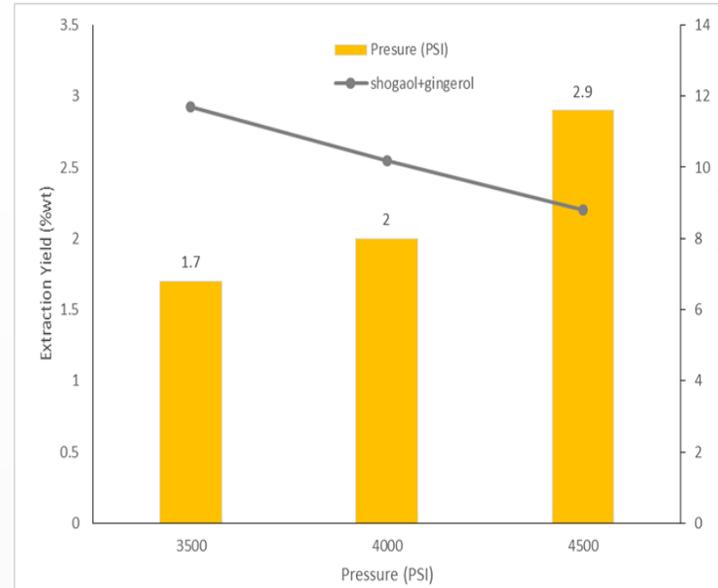
2. Pembentukan Gel diaduk 1,5 jam

Ekstraksi Superkritik CO₂ senyawa minor minyak nilam (Beta – patchoulen dan guaien)



No	Komponen	Rata-rata Area Komponen (%)			
		Bahan Baku	81,65 atm	115,6 atm	149,7 atm
1.	<i>β-patchoulene</i>	3,06	4,49	4,16	3,61
2.	<i>Caryophyllene</i>	3,42	4,99	4,43	4,18
3.	<i>α-guaiene</i>	25,53	29,93	28,72	28,73
4.	<i>Seychellene</i>	10,24	8,80	9,86	10,00
5.	<i>α-pathoulene</i>	1,49	0,88	0,74	0,89
6.	<i>δ-guaiene</i>	24,42	27,79	27,36	27,47

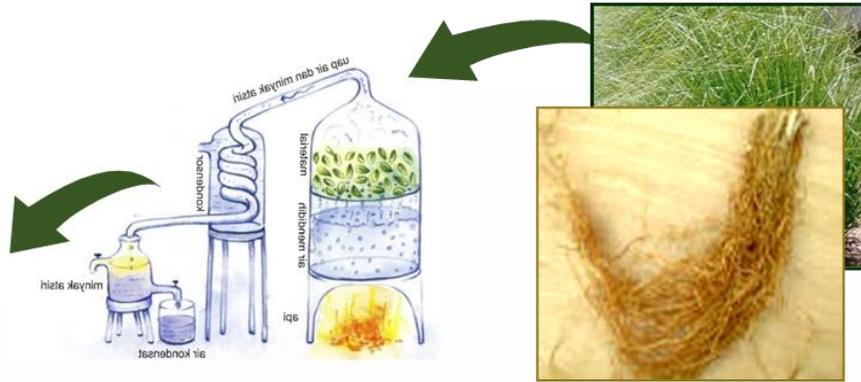
Ekstraksi Jahe dengan Fluida Superkritik CO₂ dan Aktifitasnya



Antioksidan → Metode DPPH

Sampel	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	% inhibisi	IC ₅₀ (ppm)
Blanko		2,216		
CO ₂ /40°C/4 h/4500 PSI	50	0,172	84,55	18,85
	25	0,436	60,83	
	10	0,854	23,27	
CO ₂ /40°C/6 h/4500 PSI	50	0,163	85,35	25,99
	25	0,625	43,85	
	10	0,725	34,86	
	5	0,934	16,08	

Pemurnian minyak akar wangi dengan Ekstraksi CO2 Superkritik



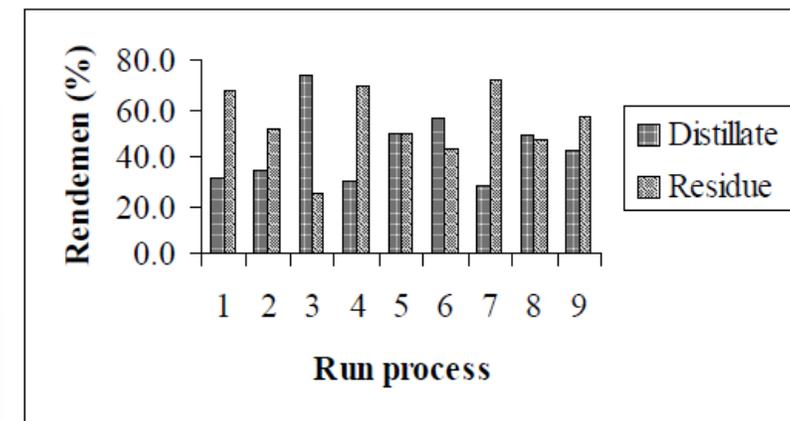
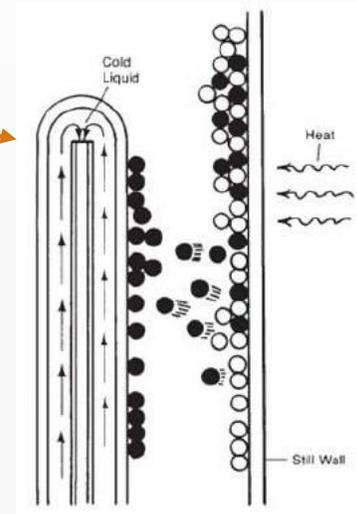
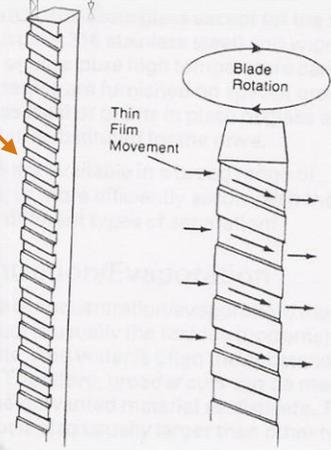
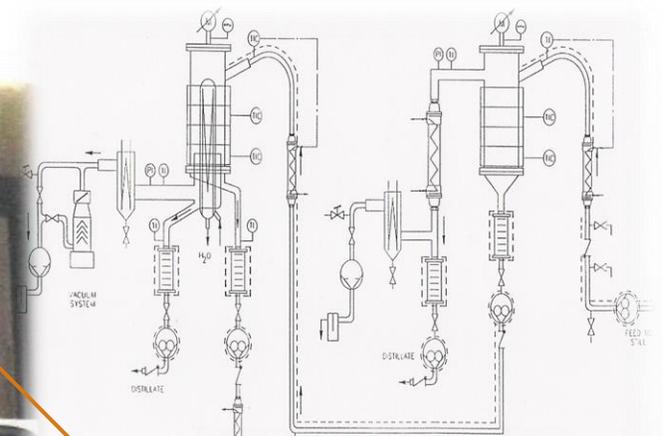
■ Tekanan 1750 psi dan suhu 40°C merupakan kondisi optimal karena menghasilkan minyak akar wangi dengan kadar vetiverol tertinggi yaitu 51.82%, mengalami peningkatan dari bahan baku yaitu 39.03% dan rendemen rafinat 42.25%



■ Fenomena yang diperoleh adalah :

- Tekanan ↑ suhu ↑ menyebabkan loss ↑
- Tekanan ↑ suhu ↓ menyebabkan ekstrak ↑
- Tekanan ↓ suhu ↑ menyebabkan rafinat ↑ loss ↓

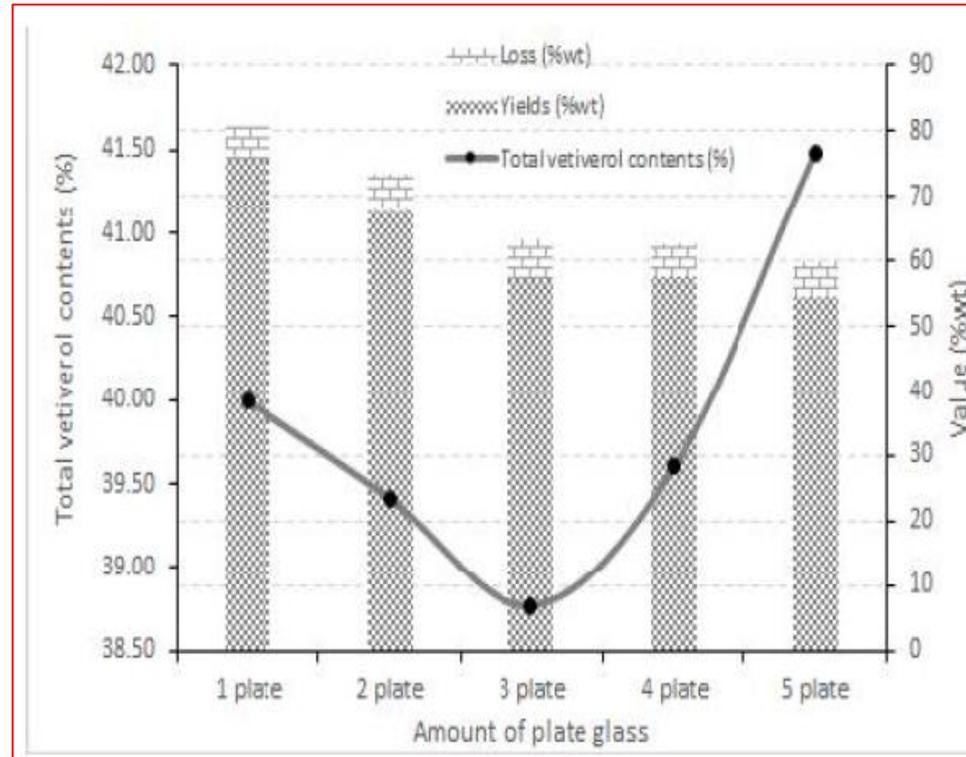
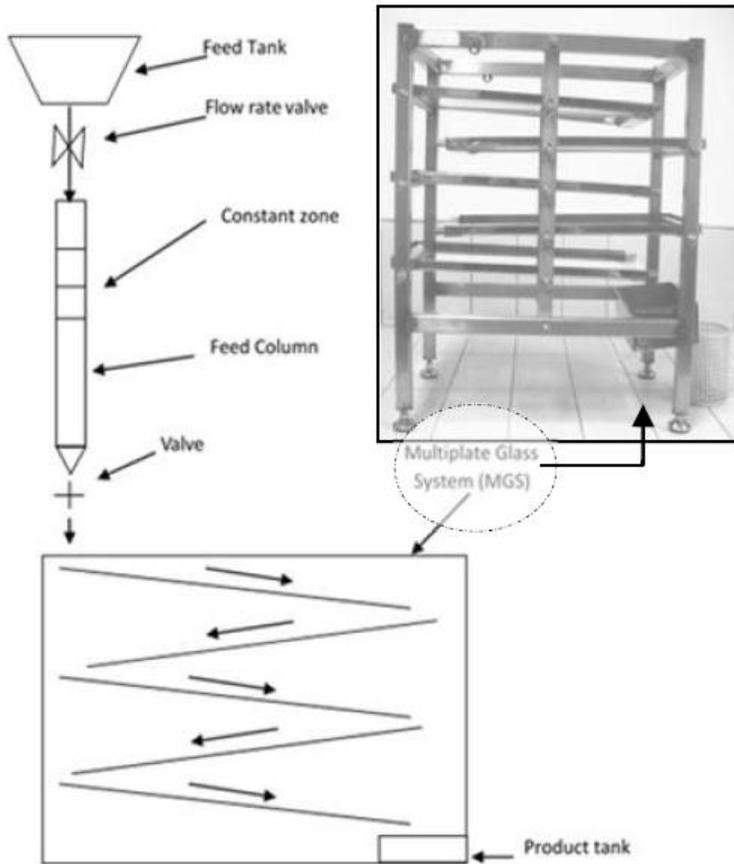
Distilasi Molekular Minyak Nilam



No.	Analysis	Result
1.	Density 20°C/20°C (g/ml)	0.9597
2.	Refractive index (n_D^{26})	1.5486
3.	Solubility in ethanol 90%, At T = 20°C ± 3°C	Soluble in any comparison
4.	Acid value (mg KOH/g sample)	9.2618
5.	Ester value (mg KOH/g sample)	4.5549
6.	Another compound	
	Fatty acids	(-)
	Kruing oil	(-)
7.	Optical rotation T = 20°C	-9.660
8.	Viscosity (cp)	14.4490

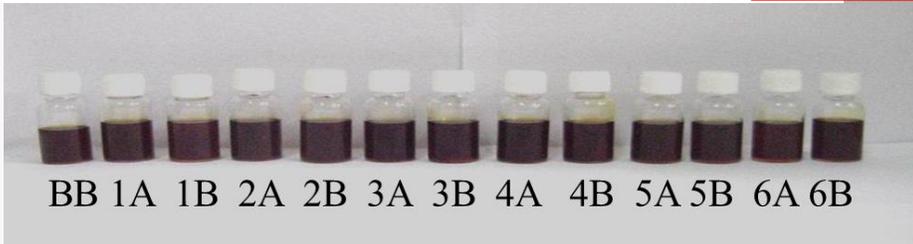


Pemurnian minyak akar wangi dengan cara sederhana (papan bertingkat)

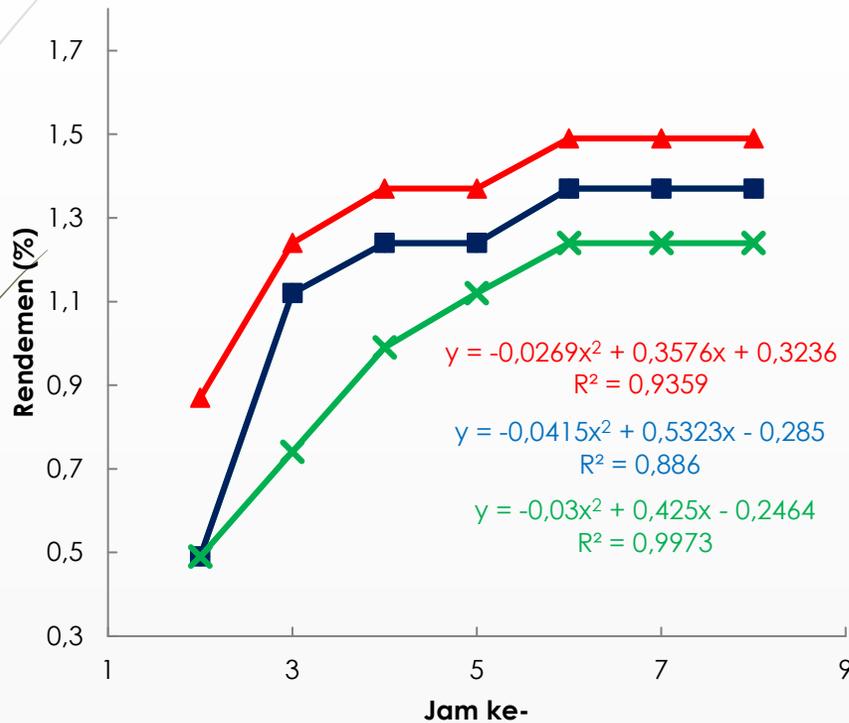


Parameter	Vetiver oil as raw material	Vetiver oil purified	Vetiver oil Standar ^{*)}
Density at 20°C (g/ml)	1.0065	1.0097	0.980 to 1.003
Viscosity (cp)	551.62	942.6	N.A
Color	Dark reddish brown	reddish brown	pale yellow to reddish brown
Odor	smoky	slight smoky	vetiver characteristic
Solubility in ethanol 95% (1:1)	Clear in 1:1	Clear in 1:1	Clear in 1:1
Optical Rotation	+18.61	+16.265	N.A
Refractive Index (20°C)	1.5302	1.5308	1.52 to 1.53
Acid number (mg KOH/g)	12.58	11.5	10 to 35
Ester number before acetylation (mg KOH/g)	22.97	18.57	5 to 26
Ester number after acetylation (mg KOH/g)	106.69	116.6	100 to 150
Total vetiverol (%)	35.68	42.12	Min. 50%

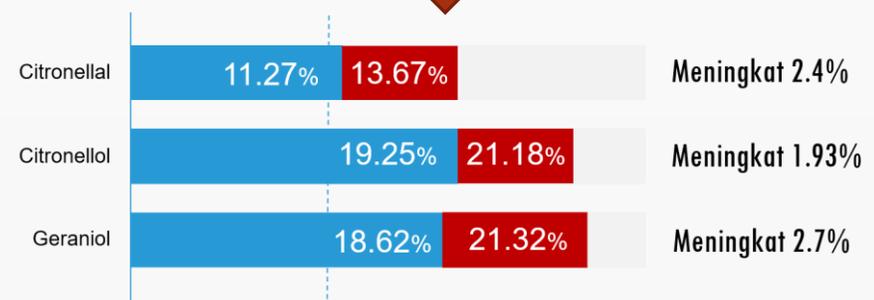
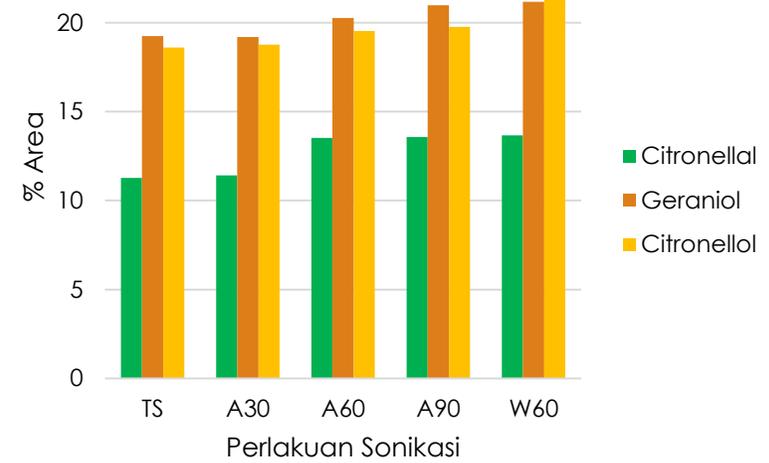
^{*)} Vetiver oil based on National of Standard Indonesia [18]. N.A: not available



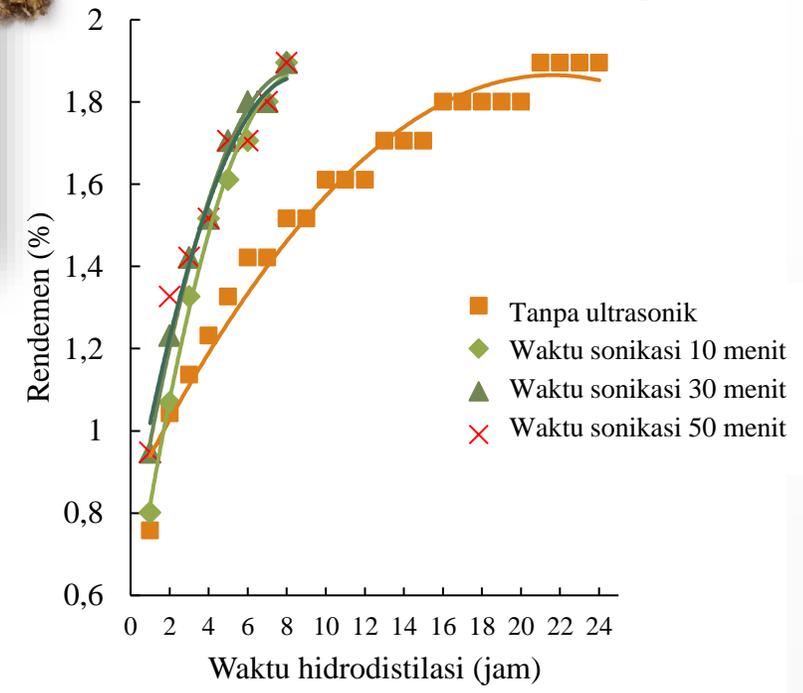
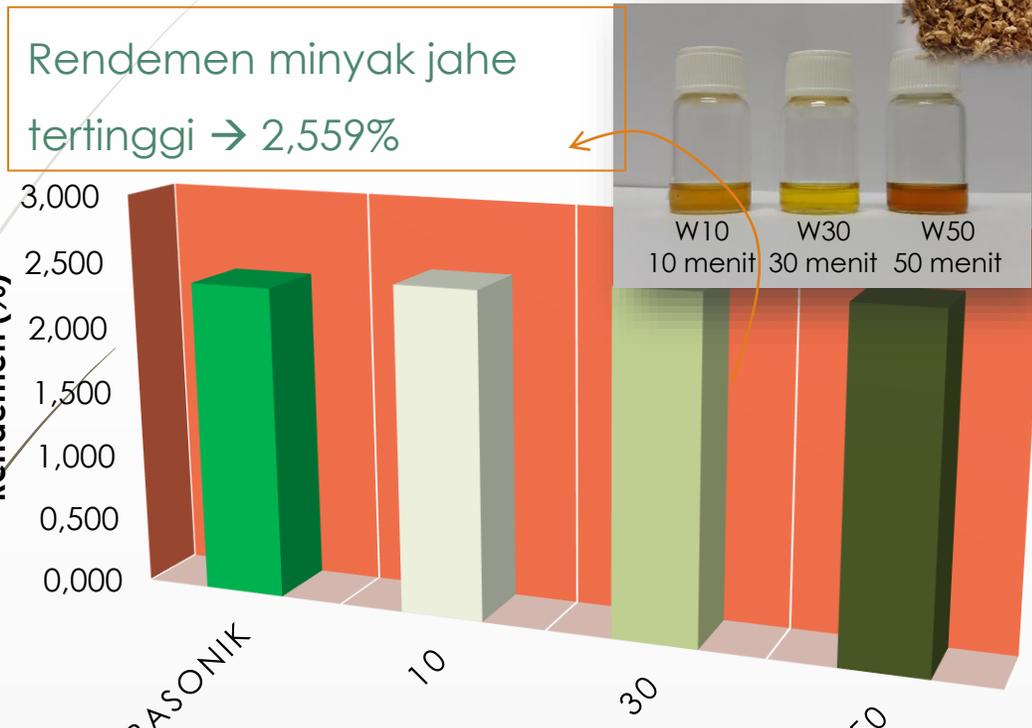
Sonikasi Daun Sereh Wangi menjadi Minyak Sereh Wangi



Rendemen tertinggi diperoleh pada amplitudo 90% yaitu sebesar 1,49%



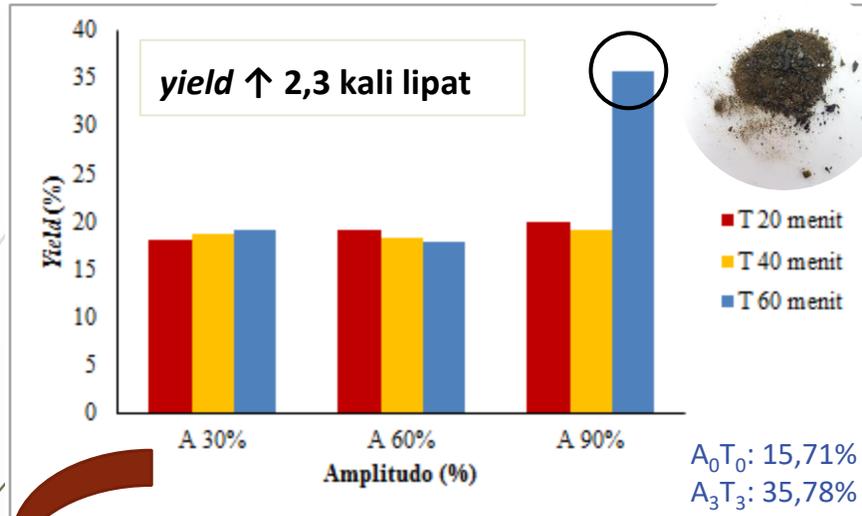
Sonikasi Rimpang Jahe menjadi minyak jahe



Perlakuan	Persamaan (x=waktu)	x ketika y=1,80%
Tanpa Ultrasonik	$y = -0.00218x^2 + 0.09423x + 0.84697$	16.14
W10	$y = -0.0178x^2 + 0.3095x + 0.5268$	6.68
W30	$y = -0.0169x^2 + 0.281x + 0.7075$	6.19
W50	$y = -0.0147x^2 + 0.2516x + 0.782$	6.53

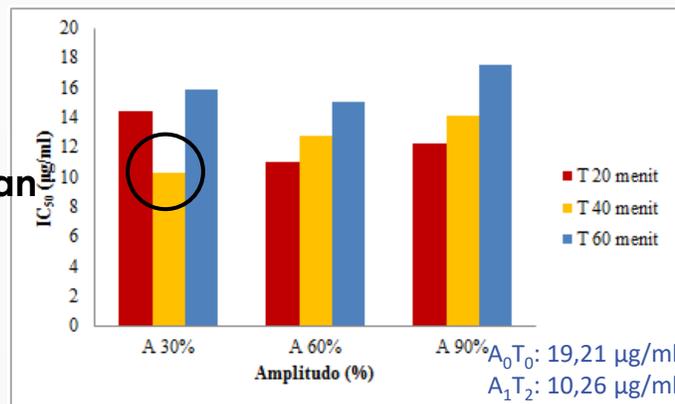
Sonikasi Daun Jamblang menjadi Ekstrak dan Minyak Jamblang

Ekstrak daun jamblang



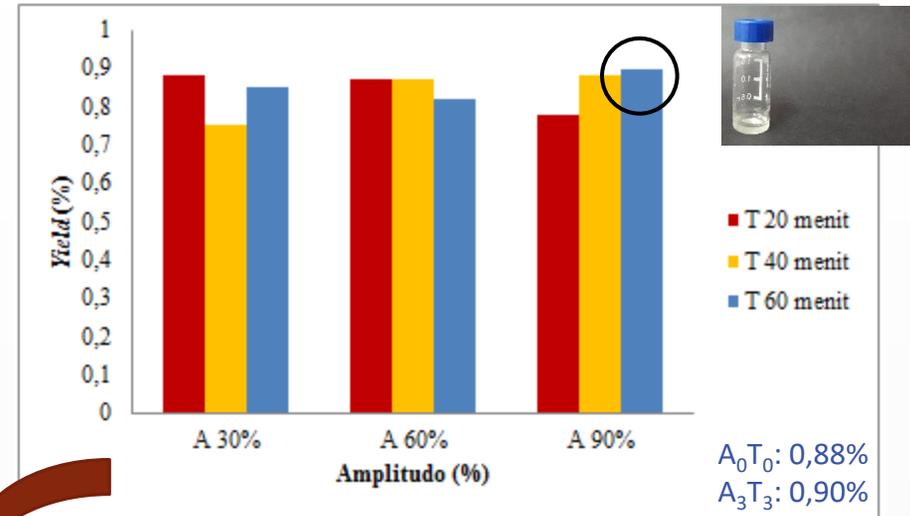
Pengaruh Amplitudo terhadap *Yield* Ekstrak dengan Lama Sonikasi yang Berbeda

Aktivitas Antioksidan



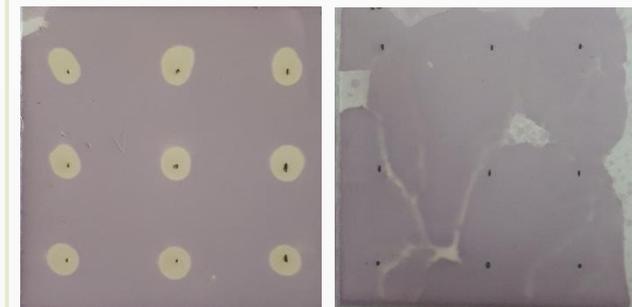
Pengaruh Amplitudo terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak dengan Lama Sonikasi yang Berbeda

Minyak daun jamblang



Pengaruh Amplitudo terhadap *Yield* Minyak dengan Lama Sonikasi yang Berbeda

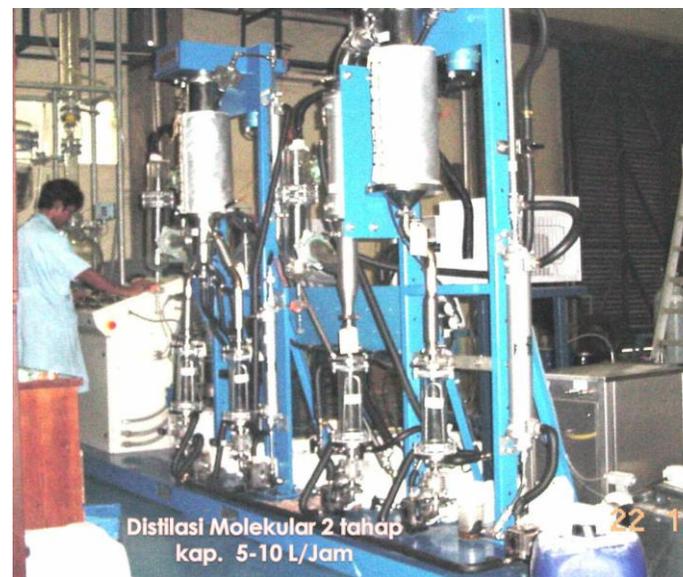
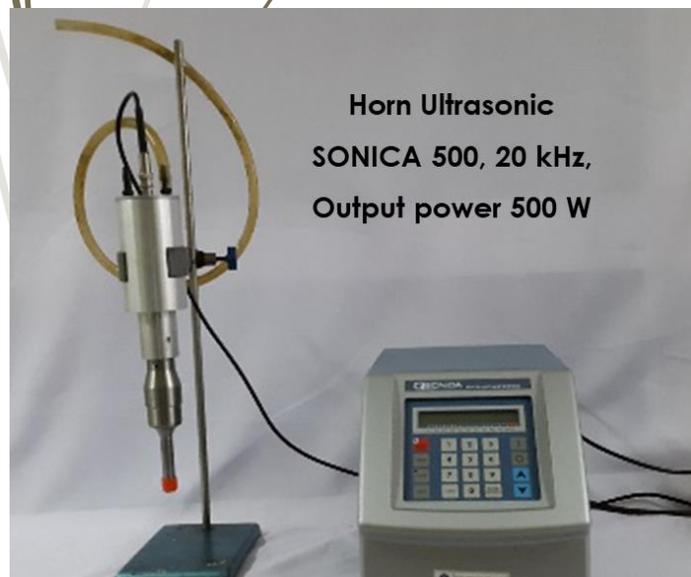
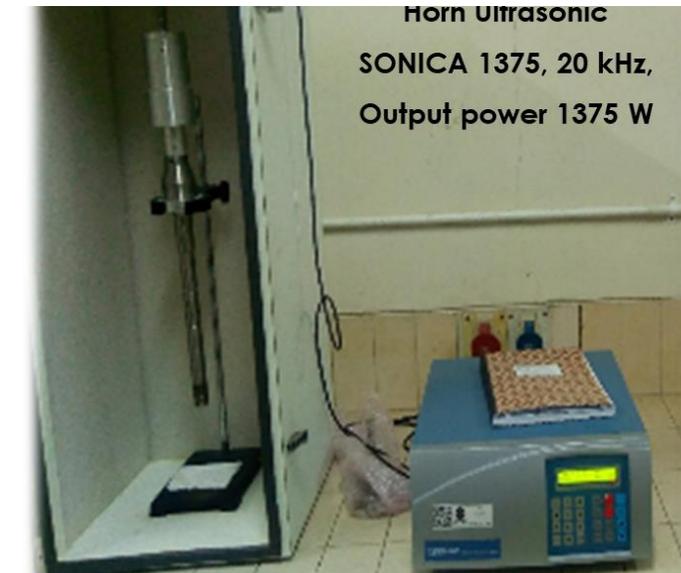
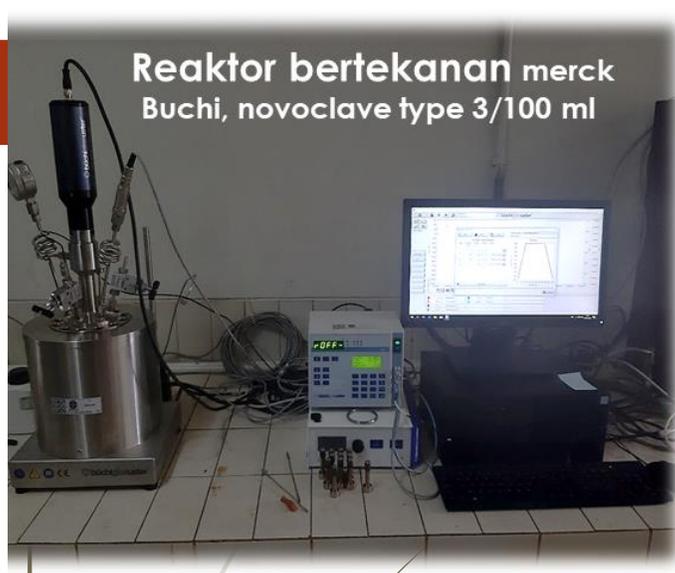
Aktivitas antioksidan pada minyak, tidak terdeteksi



Hasil Uji KLT pada Ekstrak (kiri) dan Minyak (kanan) Daun Jamblang



Beberapa Peralatan Proses untuk Produksi Minyak Atsiri di Pusat Riset Kimia



Kerjasama Pusat Penelitian Kimia – LIPI dengan PT Aromatik Teknologi Indonesia tentang penelitian dan perancangan proses minyak atsiri



Wiped Film Fractionation
Atsiri Reseach Center - UNSYIAH
Capacity 200 lt/batch for Patchouly Oil MD



Fractional Distillation
Institut Atsiri – Universitas Brawijaya
Capacity 200 lt/batch for Citronella 80%



MD Fraksinasi 100 liter
di PT Aromatik Teknologi Nasional

TERIMA KASIH

The slide features a light green background with a dark green vertical bar on the left. On the right side, there are several decorative green lines: a thin vertical line, a thin diagonal line starting from the top right and extending towards the center, and two thick, curved lines that sweep across the bottom right corner.